

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-238773

(43)Date of publication of application : 31.08.1999

(51)Int.Cl.

H01L 21/66  
G01N 1/28  
G01N 33/00  
H01L 21/306  
H01L 21/308

(21)Application number : 10-054525

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 19.02.1998

(72)Inventor : MAJIMA MASAKI  
OTOGAWA TAKAO  
USHIO SATOSHI

## (54) EVALUATION OF SILICON WAFER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for evaluating a silicon wafer which enables rapid, easy, and low-cost measurement of the entire in-plane surface of the wafer.

SOLUTION: A silicon wafer is dipped in an etchant containing hydrofluoric acid, nitric acid, iodine, and water to selectively etch the sections having crystal defects, and the crystal defects appearing on the surface of the silicon wafer are detected. The iodine content is 0.03 g or above per liter of etchant, and the content ratio for hydrofluoric acid, nitric acid, and water is 400:4 to 5:8.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 11.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3629694

[Date of registration] 24.12.2004

[Number of appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The evaluation approach of the silicon wafer characterized by detecting the flow pattern which was immersed in the etching reagent containing fluoric acid, a nitric acid, iodine or an iodide, and water in the silicon wafer, etched the crystal defect part alternatively, and appeared in the front face of this silicon wafer.

[Claim 2] The iodine in said etching reagent or the content of an iodide is the evaluation approach of the silicon wafer according to claim 1 characterized by being 0.03g or more to the 1l. of the total volume of this etching reagent.

[Claim 3] The capacity factor of the fluoric acid in said etching reagent, a nitric acid, and water is the evaluation approach of the silicon wafer according to claim 1 or 2 characterized by being :(400) (4-5): (80).

[Claim 4] Said etching reagent is the evaluation approach of the silicon wafer according to claim 1 or 2 characterized by containing an acetic acid further.

[Claim 5] The capacity factor of the fluoric acid in said etching reagent, a nitric acid, an acetic acid, and water is the evaluation approach of the silicon wafer according to claim 4 characterized by being :(400) (4-5):(0-40): (80).

[Claim 6] For said silicon wafer, claim 1 characterized by being a wafer after mirror polishing thru/or claim 5 are the evaluation approach of the silicon wafer a publication either.

[Claim 7] For the dirty off amount of the silicon wafer by said etching, claim 1 characterized by being 3-30 micrometers by both sides thru/or claim 6 are the evaluation approach of the silicon wafer a publication either.

[Claim 8] Claim 1 characterized by etching the immersion initiation temperature of said etching reagent at 10-30 degrees C thru/or claim 7 are the evaluation approach of the silicon wafer a publication either.

[Claim 9] Claim 1 characterized by leaving and etching without agitating a silicon wafer in said etching reagent thru/or claim 8 are the evaluation approach of the silicon wafer a publication either.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the evaluation approach of a silicon wafer. It is related with the approach of detecting in more detail the flow pattern defect which degrades the electrical property of a silicon wafer.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, as an approach of detecting the flow pattern defect which degrades the electrical property of a silicon wafer, there were an approach of etching the front face of (I) silicon wafer with an etching reagent, the approach of irradiating laser light at (II) silicon wafer, etc.

[0003] The approach of (I) is an approach of detecting the crystal defect which was immersed in the SEKO (SECCO) liquid containing a potassium dichromate in the silicon wafer, etched alternatively the crystal defect part just behind crystal growth, and appeared in the front face of a silicon wafer, as indicated by JP,4-285100,A and JP,4-192345,A. Since a defect is observed by the ripple pattern at this time, it is called the flow pattern defect. Moreover, the approach of (II) is the approach of measuring the same defect by un-destroying using dispersion or the phase shift by laser light, such as the infrared dispersion tomograph method and an infrared phase-contrast-microscope method, as indicated by JP,9-199561,A. It is known that oxide-film pressure-proofing which is electrical characteristics can be evaluated by such defective evaluation.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, by the approach of (I), although it was simple and the whole surface within a field of a wafer could be observed, there was a problem that the liquid containing the potassium dichromate which is the harmful matter had to be used. Moreover, by the approach of (II), infrared dispersion tomograph equipment and infrared phase-contrast-microscope equipment had to be used, simple nature and quick nature were missing, and there was a problem that no evaluations could be further performed in a wafer side in cost quantity.

[0005] This invention tends to solve the above-mentioned trouble and it aims at offering insurance and the approach of performing quickly and cheaply for evaluation of a silicon wafer.

[0006]

[Means for Solving the Problem] Invention of this application according to claim 1 is immersed in the etching reagent containing fluoric acid, a nitric acid, iodine or an iodide, and water in a silicon wafer, etches a crystal defect part alternatively, and offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by detecting the flow pattern which appeared in the front face of this silicon wafer.

[0007] In claim 1, as for invention of this application according to claim 2, the iodine in an etching reagent or the content of an iodide offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by being 0.03g or more to the 1l. of the total volume of this etching reagent.

[0008] Invention of this application according to claim 3 offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by the capacity factor of the fluoric acid in an etching reagent, a nitric acid, and water being (400) (4-5): (80) in claim 1 or claim 2. However, fluoric acid is 50-% of the weight fluoric acid, and a nitric acid is the capacity factor of the solution of a 61-% of the weight nitric acid.

[0009] Invention of this application according to claim 4 offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by an etching reagent containing an acetic acid further in claim 1 or claim 2.

[0010] Invention of this application according to claim 5 offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by the capacity factor of the fluoric acid in an etching reagent, a nitric acid, an acetic acid, and water being (400) (4-5):(0-40): (80) in claim 4.

[0011] For invention of this application according to claim 6, claim 1 characterized by said silicon wafer being a wafer after mirror polishing in either claim 1 thru/or claim 5 thru/or claim 5 are the evaluation approach of the silicon wafer a publication either.

[0012] Invention of this application according to claim 7 offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by the dirty off amount of the silicon wafer by etching being 3-30 micrometers by both sides in either claim 1 thru/or claim 6.

[0013] Invention of this application according to claim 8 offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by etching the immersion initiation temperature of an etching reagent at 10-30 degrees C in either claim 1 thru/or claim 7.

[0014] Invention of this application according to claim 9 offers the evaluation approach of the silicon wafer characterized by leaving and etching without agitating a silicon wafer in an etching reagent in either claim 1 thru/or claim 8.

[0015]

[Embodiment of the Invention] Next, an example of the gestalt of the example of this invention is shown. First, the production approach of the silicon wafer to be used is good by the well-known silicon single crystal substrate production approach. For example, the silicon wafer sliced from the silicon single crystal ingot pulled up with the Czochralski method can be used. However, although it is desirable to be polish DOWEHA which passed through the mirror-polishing process further through chemical etching since the condition that the processing distortion by a slice etc. does not remain is required for the front face and front face of a silicon wafer to a depth of about several micrometers, you may be a wafer after chemical etching before a mirror-polishing process.

[0016] Thus, the obtained silicon wafer is immersed in the etching reagent containing fluoric acid, a nitric acid, iodine or an iodide, and water, a crystal defect part is etched alternatively, and the consistency of the crystal defect which appeared in the front face of this silicon wafer is measured.

[0017] Iodine or an iodide is added to an etching reagent, because effectiveness is to prevent generating which adheres to a wafer front face and permeates (stain film). clear [ in a flow pattern ] by preventing generating of the stain film -- and it is stabilized, and while being able to check, it leads to compaction of reaction start time, and equalization of etching cost, and evaluation precision improves. When not adding iodine or an iodide, detection of a defect is not stabilized, and this invention is not materialized. Potassium iodide etc. is mentioned as an iodide and you may add as a water solution. As for the addition of iodine or an iodide, it is desirable for 0.03g or more to add to the 1l. of the total volume of an etching reagent. Moreover, as for the capacity factor of the fluoric acid in an etching reagent (50 % of the weight), a nitric acid (61 % of the weight), and water, it is desirable that it is (400) (4-5): (80). To this etching reagent, an acetic acid (99.8 % of the weight) may be added further, and, as for the capacity factor of the fluoric acid in this case, a nitric acid, an acetic acid, and water, it is desirable that it is (400) (4-5):(0-40): (80).

[0018] The dirty off amount of the silicon wafer by etching using the above-mentioned etching reagent has desirable 30 micrometers or less by both sides. It is because it will be ruined if long duration etching is carried out, and the check of a flow pattern becomes difficult. Moreover, in 3 micrometers or less, there are few amounts of etching by both sides, and a defect may not be observed. Moreover, if a silicon wafer is immersed, the temperature of an etching reagent will rise rapidly. Although it is possible to perform etching in a 5-80-degree C temperature requirement, in order to obtain the stable reaction and to maintain a uniform machining allowance, what immersion initiation temperature is set constant in 10-30 degrees C, and the temperature under immersion is also kept constant (the upward tendency of temperature is made regularity or is controlled to arbitration temperature) is desirable. the condition of having stood the silicon wafer perpendicularly when immersing and etching a silicon wafer into this etching reagent -- in addition -- and it is desirable to leave it without agitating. By doing in this way, the form of a flow pattern as shown in drawing 2 is formed.

[0019] By carrying out the process mentioned above, the defect which degrades the electrical property which exists in the same flow pattern as the conventional technique, i.e., a silicon wafer, is detectable. All evaluations can be performed in a wafer side by low cost simple and quickly, without using infrared dispersion tomograph equipment and infrared phase-contrast-microscope equipment, without using the liquid containing the potassium dichromate which is the harmful matter which was being used especially conventionally.

[0020]

[Example] Hereafter, the example of this invention is shown. Polish DOWEHA which passed through eight kinds of mirror-polishing processes as shown in a table as a silicon wafer was used. These wafers are manufactured so that defect density may differ. these sample wafers -- 2 -- it divided or quadrisected and etched two sheets at a time according to the approach of every one sheet or the below-mentioned example, and the example of a comparison about each wafer.

[0021]

[Table 1]

No.	直径 (φ)	導電型	面方位	抵抗率 (Ω cm)
1	6	P 型	(100)	9~12
2	6	P 型	(100)	3~4
3	6	P 型	(100)	10
4	8	P 型	(100)	10
5	8	P 型	(100)	0.4~40
6	6	N 型	(100)	1~2
7	6	N 型	(100)	16~24
8	8	N 型	(100)	0.8~1.2

[0022] (Example) 5000ml of fluoric acid, 50ml of 61-% of the weight nitric acids, 1000ml of water, and 100ml of 0.1 mols [l.] potassium iodide water solutions were mixed altogether 50% of the weight, and the etching reagent was prepared. In order to stabilize a presentation and temperature of liquid, after leaving this etching reagent on the 1st, it was left from 5 minutes for 60 minutes without immersing and agitating at the immersion initiation temperature of 23 degrees C, where each sample wafer after division is stood perpendicularly. The machining allowance at this time was about 3 micrometers to 40 micrometers by both sides. Moreover, in order to make a machining allowance regularity, the amount of an etching reagent, the preparation number of sheets of a wafer, and immersion initiation temperature were fixed between processing batches.

[0023] (Example of a comparison) In the example, it etched similarly except having replaced the etching reagent with SEKO liquid (it preparing with the mixing ratio of HF100cm<sup>3</sup>+K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (0.15M)50cm<sup>3</sup>).

[0024] About each sample wafer which etched with the above-mentioned monograph affair, the formed flow pattern was measured and it asked for the consistency. As shown in drawing 2, the flow pattern was observed in the example of a comparison, as [ in (a) and an example ] shown in (b). In the example of a comparison, a pit 12 is seen at the tip of a flow pattern 11. In the example, although a pit 12 is unobservable clearly, a flow pattern 1 is stabilized and can be observed. however, etching cost -- \*\*\*\*\* arises and it was hard coming to observe in a thing 30 micrometers or more. Moreover, in the example and the example of a comparison, since etch rates differed, evaluation of the number of flow pattern defects counted the number of flow patterns, and standardized it as a number per unit volume (consistency) from the area of the area which observed etching cost and a flow pattern.

[0025] Drawing 1 shows correlation with the consistency per unit volume of the flow pattern by this invention obtained in each example, and the consistency per unit volume of the flow pattern defect by SEKOETCHINGU obtained in each example of a comparison. As shown in drawing, the flow pattern consistency by this invention suited the flow pattern defect density and about 1:1 correlation by SEKOETCHINGU. Therefore, according to the approach of this invention, it turned out that a result equivalent to SEKOETCHINGU can be obtained.

[0026]

[Effect of the Invention] Quick measurement of the whole surface within a wafer side is attained by simple and low cost, without using infrared dispersion tomograph equipment and infrared phase-contrast-microscope equipment, without using the SEKO liquid which contains the potassium dichromate which is the harmful matter about the flow pattern defect which degrades the electrical property of a silicon wafer according to this invention as explained above.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the graph which shows correlation with the consistency per unit volume of the flow pattern by this invention, and the consistency per unit volume of the flow pattern defect by SEKOETCHINGU.

[Drawing 2] It is drawing showing the configuration of a typical flow pattern, and (a) depends what is depended on SEKOETCHINGU, and (b) on this invention.

---

[Translation done.]



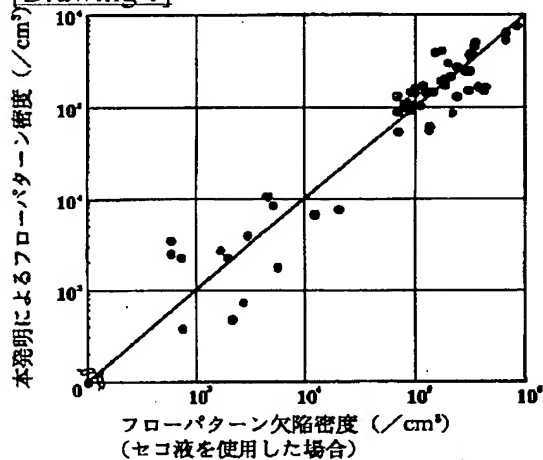
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

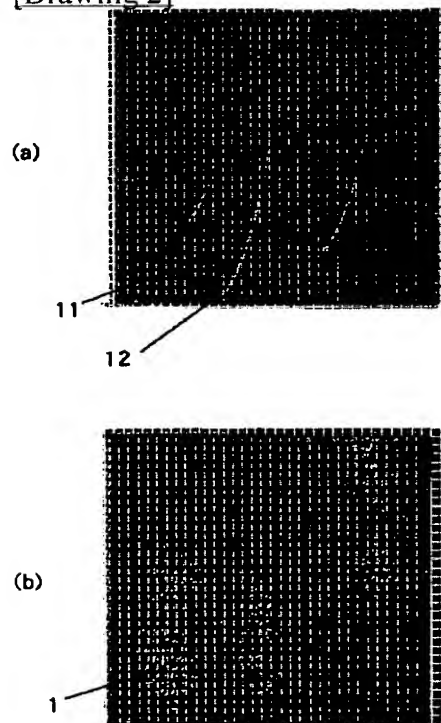
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

[Drawing 1]



[Drawing 2]



[Translation done.]

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-235350

(43)Date of publication of application : 19.08.2004

---

(51)Int.Cl.

H01L 21/306  
H01L 21/66  
H01L 27/12

---

(21)Application number : 2003-020934

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 29.01.2003

(72)Inventor : SATO HIDEKI

TAKENAKA TAKUO

SHINOMIYA MASARU

---

### (54) CRYSTAL DEFECT EVALUATING METHOD OF SOI WAFER AND ETCHING LIQUID

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a crystal defect evaluating method, along with an etching liquid used therefor, capable of evaluating crystal defects of an SOI wafer with an excellent defect detecting capability, using a chromium-less etching liquid that contains no toxic chromium.

SOLUTION: The SOT wafer is submerged in the etching liquid for etching of an SOI layer. The etch pit formed in the SOI layer is observed to evaluate crystal defects of the SOI wafer. The etching liquid contains iodine or iodide in the mixture liquid of hydrofluoric acid, nitric acid, acetic acid, and water, while maximum in capacity ratio in the etching liquid of nitric acid, with the etching rate of the SOI layer being adjusted to be 100nm/min or less.

---

#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 04.10.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-238773

(43)Date of publication of application : 31.08.1999

(51)Int.Cl.

H01L 21/66  
G01N 1/28  
G01N 33/00  
H01L 21/306  
H01L 21/308

(21)Application number : 10-054525

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 19.02.1998

(72)Inventor : MAJIMA MASAKI  
OTOGAWA TAKAO  
USHIO SATOSHI

## (54) EVALUATION OF SILICON WAFER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for evaluating a silicon wafer which enables rapid, easy, and low-cost measurement of the entire in-plane surface of the wafer.

**SOLUTION:** A silicon wafer is dipped in an etchant containing hydrofluoric acid, nitric acid, iodine, and water to selectively etch the sections having crystal defects, and the crystal defects appearing on the surface of the silicon wafer are detected. The iodine content is 0.03 g or above per liter of etchant, and the content ratio for hydrofluoric acid, nitric acid, and water is 400:4 to 5:8.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

11.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3629694

[Date of registration]

24.12.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-238773

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月31日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

H 0 1 L 21/66

H 0 1 L 21/66

L

G 0 1 N 1/28

G 0 1 N 33/00

A

33/00

H 0 1 L 21/308

B

H 0 1 L 21/306

G 0 1 N 1/28

X

21/308

H 0 1 L 21/306

Z

審査請求 未請求 請求項の数9 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平10-54525

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(22) 出願日

平成10年(1998) 2月19日

(72) 発明者 真島 正樹

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 音川 孝雄

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 牛尾 聡

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社磯部工場内

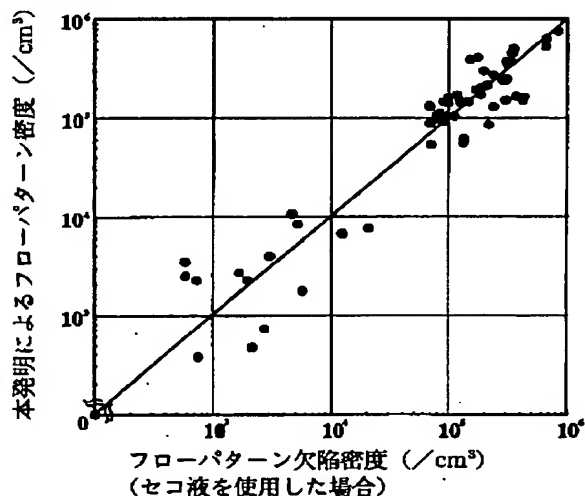
(74) 代理人 弁理士 菅原 正倫

(54) 【発明の名称】 シリコンウェーハの評価方法

(57) 【要約】

【課題】 簡便且つ低コストでウェーハ面内全面の迅速な測定が可能なシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【解決手段】 シリコンウェーハを、フッ酸、硝酸、ヨウ素又はヨウ化物及び水を含有するエッチング液に浸漬して結晶欠陥部分を選択的にエッチングし、該シリコンウェーハの表面に現れた結晶欠陥を検出する。エッチング液中のヨウ素又はヨウ化物の含有量は、該エッチング液の総液量1リットルに対し0.03g以上であり、フッ酸、硝酸及び水の容量比は(400):(4~5):(80)である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリコンウェーハを、フッ酸、硝酸、ヨウ素又はヨウ化物及び水を含有するエッチング液に浸漬して結晶欠陥部分を選択的にエッチングし、該シリコンウェーハの表面に現れたフローパターンを検出することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 2】 前記エッチング液中のヨウ素又はヨウ化物の含有量は、該エッチング液の総液量 1 リットルに対し 0.03 g 以上であることを特徴とする請求項 1 記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 3】 前記エッチング液中のフッ酸、硝酸及び水の容量比は (400) : (4~5) : (80) であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 4】 前記エッチング液はさらに酢酸を含有することを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 5】 前記エッチング液中のフッ酸、硝酸、酢酸及び水の容量比は (400) : (4~5) : (0~40) : (80) であることを特徴とする請求項 4 記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 6】 前記シリコンウェーハは鏡面研磨後のウェーハであることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 7】 前記エッチングによるシリコンウェーハのエッチオフ量は両面で 3~30 μm であることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 8】 前記エッチング液の浸漬開始温度を 10~30℃でエッチングを行うことを特徴とする請求項 1 ないし請求項 7 のいずれか記載のシリコンウェーハの評価方法。

【請求項 9】 前記エッチング液中でシリコンウェーハを攪拌しないで放置してエッチングすることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 8 のいずれか記載のシリコンウェーハの評価方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコンウェーハの評価方法に関する。より詳しくは、シリコンウェーハの電気特性を劣化させるフローパターン欠陥を検出する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、シリコンウェーハの電気特性を劣化させるフローパターン欠陥を検出する方法としては、(I)シリコンウェーハの表面をエッチング液でエッチングする方法や、(II)シリコンウェーハにレーザー光を照射する方法などがあった。

【0003】(I)の方法は、例えば特開平 4-285100 号や特開平 4-192345 号に開示されるよう

に、シリコンウェーハを重クロム酸カリウムを含有するセコ (SECCO) 液に浸漬して結晶成長直後の結晶欠陥部分を選択的にエッチングし、シリコンウェーハの表面に現れた結晶欠陥を検出する方法である。この時、欠陥がさざ波模様で観察されるため、フローパターン欠陥と呼ばれている。また (II)の方法は、例えば特開平 9-199561 号に開示されるように、赤外散乱トモグラフィ法や赤外位相差顕微鏡法等のレーザー光による散乱または位相シフトを利用して非破壊で同じ欠陥を測定する方法である。このような欠陥評価により、電気的特性である酸化膜耐圧の評価を行うことができることが知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところが、(I)の方法では、簡便でウェーハの面内全面を観察できるものの、有害な物質である重クロム酸カリウムを含有する液を使用しなければならないという問題があった。また、(II)の方法では、赤外散乱トモグラフィ装置や赤外位相差顕微鏡装置を使用しなければならず、簡便性・迅速性に欠け、コスト高で更にウェーハ面内全ての評価ができないという問題があった。

【0005】本発明は上記の問題点を解決しようとするもので、シリコンウェーハの評価を安全、迅速且つ安価に行うことができる方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本願の請求項 1 記載の発明は、シリコンウェーハを、フッ酸、硝酸、ヨウ素又はヨウ化物及び水を含有するエッチング液に浸漬して結晶欠陥部分を選択的にエッチングし、該シリコンウェーハの表面に現れたフローパターンを検出することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【0007】本願の請求項 2 記載の発明は、請求項 1 において、エッチング液中のヨウ素又はヨウ化物の含有量が該エッチング液の総液量 1 リットルに対し 0.03 g 以上であることを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【0008】本願の請求項 3 記載の発明は、請求項 1 又は請求項 2 において、エッチング液中のフッ酸、硝酸及び水の容量比が (400) : (4~5) : (80) であることを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。ただし、フッ酸は 50 重量%フッ酸、硝酸は 61 重量%硝酸の溶液の容量比である。

【0009】本願の請求項 4 記載の発明は、請求項 1 又は請求項 2 において、エッチング液がさらに酢酸を含有することを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【0010】本願の請求項 5 記載の発明は、請求項 4 において、エッチング液中のフッ酸、硝酸、酢酸及び水の容量比が (400) : (4~5) : (0~40) : (80) であることを特徴とするシリコンウェーハの評価方

法を提供する。

【0011】本願の請求項6記載の発明は、請求項1ないし請求項5のいずれかにおいて、前記シリコンウェーハは鏡面研磨後のウェーハであることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか記載のシリコンウェーハの評価方法。

【0012】本願の請求項7記載の発明は、請求項1ないし請求項6のいずれかにおいて、エッチングによるシリコンウェーハのエッチオフ量が両面で3～30μmであることを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【0013】本願の請求項8記載の発明は、請求項1ないし請求項7のいずれかにおいて、エッチング液の浸漬開始温度を10～30℃でエッチングを行うことを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【0014】本願の請求項9記載の発明は、請求項1ないし請求項8のいずれかにおいて、エッチング液中でシリコンウェーハを攪拌しないで放置してエッチングすることを特徴とするシリコンウェーハの評価方法を提供する。

【0015】

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施例の形態の一例を示す。まず、用いるシリコンウェーハの作製方法は、公知のシリコン単結晶基板作製方法で良い。例えば、チョクラルスキー法により引き上げたシリコン単結晶インゴットからスライスしたシリコンウェーハを用いることができる。但し、シリコンウェーハの表面及び表面から深さ数μm程度はスライス等による加工歪みが残留していない状態が必要であるため、ケミカルエッチングを経て更に鏡面研磨工程を経たポリッシュドウェーハであることが望ましいが、鏡面研磨工程前のケミカルエッチング後のウェーハであっても良い。

【0016】このようにして得られたシリコンウェーハを、フッ酸、硝酸、ヨウ素又はヨウ化物及び水を含むエッチング液に浸漬して結晶欠陥部分を選択的にエッチングし、該シリコンウェーハの表面に現れた結晶欠陥の密度を測定する。

【0017】エッチング液にヨウ素又はヨウ化物を添加するのは、ウェーハ表面に付着するしみ（ステイン膜）の発生を防止するのに効果があるためである。ステイン膜の発生を防止することで、フローパターンを明瞭且つ安定して確認できるとともに、反応開始時間の短縮、エッチング代の均一化につながり、評価精度が向上する。ヨウ素又はヨウ化物を添加しない場合は欠陥の検出が安定せず、本発明は成立しない。ヨウ化物としては例えばヨウ化カリウムなどが挙げられ、水溶液として添加して

も良い。ヨウ素又はヨウ化物の添加量は、エッチング液の総液量1リットルに対して0.03g以上添加するのが望ましい。また、エッチング液中のフッ酸（50重量％）、硝酸（61重量％）及び水の容量比は、（400）：（4～5）：（80）であるのが望ましい。このエッチング液にはさらに酢酸（99.8重量％）を添加しても良く、この場合のフッ酸、硝酸、酢酸及び水の容量比は、（400）：（4～5）：（0～40）：（80）であるのが望ましい。

【0018】上記エッチング液を用いたエッチングによるシリコンウェーハのエッチオフ量は両面で30μm以下が望ましい。長時間エッチングするとシリコンウェーハの面状態が荒れてしまい、フローパターンの確認が困難となってしまうためである。また、両面で3μm以下ではエッチング量が少なく、欠陥が観察されないことがある。また、シリコンウェーハを浸漬するとエッチング液の温度が急激に上昇する。エッチングは5～80℃の温度範囲で行うことが可能であるが、安定した反応を得るため均一な取り代を維持するには、浸漬開始温度を10～30℃の範囲で一定とし、浸漬中の温度も一定に保つ（温度の上昇傾向を一定にする、または任意温度にコントロールする）ことが好ましい。このエッチング液にシリコンウェーハを浸漬してエッチングする際には、シリコンウェーハを垂直に立てた状態でなおかつ攪拌しないで放置しておくことが望ましい。このようにすることで、図2に示すようなフローパターンの形が形成される。

【0019】上述した工程を実施することにより、従来技術と同様なフローパターン、つまりシリコンウェーハに存在する電気特性を劣化させる欠陥を検出することができる。特に、従来使用していた有害な物質である重クロム酸カリウムを含む液を使用することもなく、また赤外散乱トモグラフ装置や赤外位相差顕微鏡装置を使用することなしに、簡便且つ迅速に低コストでウェーハ面内全ての評価を行うことができる。

【0020】

【実施例】以下、本発明の実施例を示す。シリコンウェーハとして、表に示すような8種類の鏡面研磨工程を経たポリッシュドウェーハを用いた。これらのウェーハは、欠陥密度が異なるように製造されている。これらのサンプルウェーハを2分割又は4分割し、各ウェーハについて1枚ずつ又は2枚ずつを後述の実施例及び比較例の方法に従ってエッチングを行った。

【0021】

【表1】

10

20

30

40

No.	直径 (φ)	導電型	面方位	抵抗率 (Ω cm)
1	6	P型	(100)	9~12
2	6	P型	(100)	3~4
3	6	P型	(100)	10
4	8	P型	(100)	10
5	8	P型	(100)	0.4~40
6	6	N型	(100)	1~2
7	6	N型	(100)	16~24
8	8	N型	(100)	0.8~1.2

【0022】（実施例）50重量%フッ酸5000ml、61重量%硝酸50ml、水1000ml及び0.1モル/リットルのヨウ化カリウム水溶液100mlを全て混合してエッチング液を調製した。液の組成及び温度を安定化させる為、このエッチング液を1日放置した後、浸漬開始温度23℃にて分割後の各サンプルウェーハを垂直に立てた状態で浸漬し、攪拌しないで5分から60分放置した。この時の取り代は、両面で約3μmから40μmであった。また、取り代を一定にするため、エッチング液の量、ウェーハの仕込み枚数、浸漬開始温度は、処理バッチ間で一定にした。

【0023】（比較例）実施例において、エッチング液をセコ液（HF100cm<sup>3</sup>+K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>（0.15M）50cm<sup>3</sup>の混合比で調製）に替えた以外は同様にしてエッチングを行った。

【0024】上記各条件でエッチングを行った各サンプルウェーハについて、形成されたフローパターンを測定してその密度を求めた。フローパターンは、図2に示すように比較例では（a）、実施例では（b）のように観察された。比較例では、フローパターン11の先端にビット12が見られる。実施例では、ビット12ははっきりとは観察できないものの、フローパターン1は安定して観察できる。但し、エッチング代30μm以上のものでは面粗れが生じ、観察しにくくなった。また、実施例と比較例ではエッチング速度が異なるため、フローパターン欠陥の数の評価はフローパターンの数をカウント

し、エッチング代及びフローパターンを観察したエリアの面積より、単位体積当たりの数（密度）として規格化した。

【0025】図1は、各実施例で得られた本発明によるフローパターンの単位体積当たりの密度と各比較例で得られたセコエッチングによるフローパターン欠陥の単位体積当たりの密度との相関を示す。図から分かるように、本発明によるフローパターン密度はセコエッチングによるフローパターン欠陥密度とほぼ1：1の相関関係にあった。したがって、本発明の方法によれば、セコエッチングと同等の結果を得られることが分かった。

【0026】

【発明の効果】以上説明した通り本発明によれば、シリコンウェーハの電気特性を劣化させるフローパターン欠陥について、有害な物質である重クロム酸カリウムを含有するセコ液を使用することなく、また赤外散乱トモグラフ装置や赤外位相差顕微鏡装置を使用することも無しに簡便且つ低コストでウェーハ面内全面の迅速な測定が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるフローパターンの単位体積当たりの密度とセコエッチングによるフローパターン欠陥の単位体積当たりの密度との相関を示すグラフである。

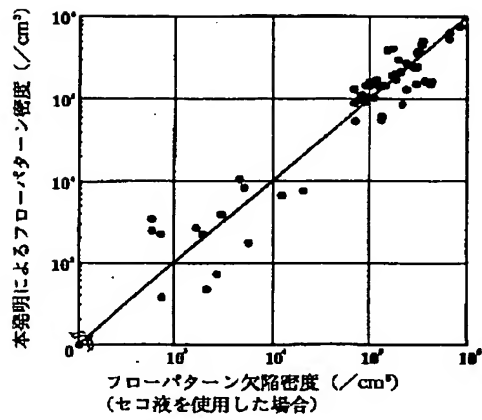
【図2】代表的なフローパターンの形状を示す図であり、（a）はセコエッチングによるもの、（b）は本発明によるものである。



(5)

特開平 1 1 - 2 3 8 7 7 3

【図 1】



【図 2】

